



**(19) BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES
PATENTAMT**

⑫ Offenlegungsschrift
⑩ DE 195 14 521 A 1

(51) Int. Cl. 8:
B 01 L 3/00
B 01 L 7/00
G 01 N 35/00
B 01 J 19/00
A 61 J 1/00

(21) Aktenzeichen: 195 14 521.6
(22) Anmeldetag: 12. 4. 95
(43) Offenlegungstag: 17. 10. 96

⑦) Anmelder:
Schulz, Hans-Joachim, Dr., 10249 Berlin, DE;
Schwedler, Ralf, Dr., 10119 Berlin, DE

⑦2) Erfinder:
gleich Anmelder

**56) Für die Beurteilung der Patentfähigkeit
in Betracht zu ziehende Druckschriften:**

DE	34	29	559	C2
DE	43	06	821	A1
DE	42	06	488	A1
DE	41	23	874	A1
DE	41	07	262	A1
DE	40	20	442	A1
DE	39	30	801	A1
DE	39	23	897	A1
DE	38	17	101	A1
DE	38	13	671	A1
DE	36	22	848	A1

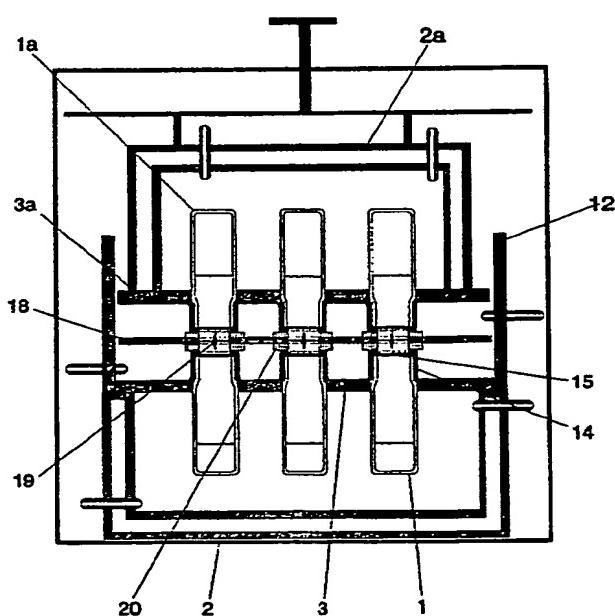
DE	36 19 107 A1
DE	36 18 884 A1
DE	35 28 331 A1
DE	34 01 308 A1
DE	24 34 046 A1
DE	23 56 397 A1
DE-OS	22 00 484
DE	19 46 566 A1
DE	90 15 317 U1
US	47 34 192
US	39 87 791
US	39 41 171
US	37 06 305
US	29 06 423
EP	02 72 043 A2
EP	6 37 443 A1
EP	5 60 390 A1
WO	90 05 023 A1

54 Laborgerät zur gleichzeitigen, mauellen Durchführung mehrerer chemischer Reaktionen nach einem Stecksystem

57 Laborgerät zur gleichzeitigen, manuellen Durchführung mehrerer chemischer Reaktionen nach einem Stecksystem. Serien chemischer Reaktionen mit empfindlichen Reagenzien werden bisher in verkleinerten präparativen Geräten durchgeführt. Diese Arbeitsweise erfordert einen hohen manuellen Aufwand, begrenzt die Zahl der gleichzeitig durchführbaren Reaktionen und bringt eine Reihe von Unsicherheiten, die das Reaktionsergebnis beeinflussen, mit sich.

Es werden verschließbare Hohlgefäße (1, 1a), die eine Sollbruchscheibe (15) im Verschluß (14) tragen, in zwei Platten (3, 3a) paarweise gegenüberstehend eingesteckt. In einer Mittelplatte (18) sind Öffnungen mit Dornen (19) angeordnet. Auf beiden Seiten der Mittelplatte (18) ist ein vertikal elastisch zusammenpreßbares Kunststoffmaterial (20) angebracht. Beim Aufpressen der Hohlgefäße (1, 1a) auf die Mittelplatte (18) werden die Sollbruchscheiben (15) durch die Dorne (19) geöffnet und die Reaktion eingeleitet. Die drei Platten sind innerhalb eines Rahmens (12), der mit Inertgas gespült wird, angeordnet, und die Hohlgefäße (1, 1a) werden mittels der Temperiergefäße (2, 2a) temperiert. Die obere Platte (3a) kann mehrfach gegen eine neue, mit anderen Hohlgefäßen (1, 1a) besetzte Platte (3a) gewechselt werden, wodurch schrittweise die nächsten Reagenzien zudosiert werden.

Das Laborgerät ermöglicht es, eine größere Anzahl von Reaktionen mit empfindlichen Reagenzien zeitgleich und unter gleichen Bedingungen durchzuführen. Die ...



Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

BUNDESDRUCKEREI 08. 96 602 042/343

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Laborgerät zur gleichzeitigen, manuellen Durchführung mehrerer chemischer Reaktionen mit empfindlichen Reagenzien im Mikromäßigstab nach einem Steckssystem bei Temperierung unterhalb der Siedepunkte der beteiligten Komponenten und unter sauerstoff- und wasserfreien Bedingungen.

Serien chemische Reaktionen werden häufig nicht zum Zweck der unmittelbaren Gewinnung einer Substanz durchgeführt, sondern dienen dann dem Erhalt einer analytischen Größe wie Ausbeute, Selektivität oder Geschwindigkeit der Reaktion, die für die Optimierung von Syntheseverfahren oder zur Auffindung neuer Synthesewege notwendig ist. Zudem werden in der modernen Synthesechemie immer mehr Reaktionen mit sehr reaktiven Reagenzien untersucht, die den Ausschluß von Sauerstoff und/oder Feuchtigkeit erfordern, und die auf Grund der hohen Reaktivität der Reagenzien zur Reaktionskontrolle sehr tiefe Temperaturen (z. B. bis -100°C) benötigen.

In solchen Untersuchungsreihen erfolgt die Aufarbeitung in der Regel nicht durch Isolierung von Einzelsubstanzen, sondern das Reaktionsgemisch wird einer direkten analytischen Untersuchung z. B. mit HPLC oder NMR unterzogen, um eine Aussage über den Reaktionsverlauf zu erhalten.

In chemischen Forschungslaboratorien werden derartige mikropräparative Untersuchungsreihen in kleinen Größenordnungen (0,5–5 ml) gewöhnlich mit Laborgeräten und Methoden durchgeführt, wie sie von der präparativen Arbeitsweise her bekannt sind. Diese Laborgeräte zeichnen sich im Prinzip lediglich durch eine maßstäbliche Verkleinerung herkömmlicher Laborgeräte aus. Die Arbeitsverfahren sind daher auch den Methoden zur Herstellung von Einzelsubstanzen durch präparative Synthese entlehnt.

Durch diese Arbeitsweise ergeben sich eine Reihe von Nachteilen:

Es können nur eine sehr begrenzte Anzahl von Reaktionen gleichzeitig durchgeführt werden, denn in den Versuch selbst geht der ständige Neuaufbau der Apparaturen ein. Diese sind oft sehr labil, da sie aus mehreren Komponenten (Kölbchen, Hähne, Stativklammern) mit Verbindungsstellen wie Schlitte oder Kupplungen bestehen. Zudem ist der Aufbau der Apparaturen aus Zeitgründen häufig nur provisorisch ausgeführt. Das Abmessen und Eingeben der in der Regel in gelöster Form vorliegenden Reagenzien geschieht mittels Einwegspritzen. Hier entstehen häufig Probleme durch äußere Einflüsse wie Luftfeuchtigkeit und Sauerstoff während der Übertragung der Reagenzien in der Spritzenadel. Dadurch sind Änderungen in der chemischen Zusammensetzung sauerstoff- oder feuchtigkeitsempfindlicher Reagenzien die Folge. Ferner ist es bei dieser Arbeitsweise nicht möglich, mehrere Apparaturen gleichzeitig zu bedienen und in allen Apparaturen gleichzeitig die Reaktion durch Zugabe von Reagenzien zu starten oder zu beenden.

Die Thermostatierung bei tiefen Temperaturen erfolgt in der Regel durch Eihängen der Reaktionskölbchen in offene Temperierbäder, die ein organisches Lösungsmittel als Temperierflüssigkeit verwenden. Das Arbeiten mit aggressiven Substanzen über der offenen Temperierflüssigkeit ist aus Sicherheitsgründen bedenklich und erschwert auch die manuelle Versuchsdurchführung.

Es ist ersichtlich, daß eine Reihe von Unzulänglichkei-

ten der Apparatur und des Arbeitsverfahrens Einfluß auf den Ablauf und das Ergebnis der Reaktion nehmen können. Gerade aber beim Arbeiten mit kleinen Mengen haben solche Einflüsse große Auswirkungen auf das Versuchsergebnis (Ausbeute, Selektivität der Reaktion). Zudem ist es wegen des hohen Zeitaufwandes oft nicht möglich, so viele Reaktionen durchzuführen, die nötig wären, um Schwankungen im Versuchsergebnis auszugleichen und die Untersuchungen statistisch abzuschließen.

Es sind bereits Verfahren und Vorrichtungen bekannt, um chemische oder biochemische Reaktionen gleichzeitig, mit hoher Reproduzierbarkeit und bei einfacher Handhabung manuell durchzuführen. Vom Prinzip her handelt es dabei sich um Vorrichtungen, in denen die Reaktionsgefäße matrixartig angeordnet sind, meist in Form kleiner Vertiefungen ("Näpfchen", "Micro-wells"), die in rechteckige Platten eingelassen sind. Diese Reaktionen werden gewöhnlich durch synchrones Einpipettieren der Reagenzlösungen oder durch Auflegen einer Gegenplatte mit Vorsprüngen ("Pins"), die in die Vertiefungen ragen und das immobilisierte Reagenz tragen, eingeleitet. Eine solche bekannte Ausführung ist als Gebrauchsmuster unter der Rollennummer G 90 15 317.0 niedergelegt.

Diese Vorrichtungen und die mit ihnen verbundenen Reaktionsverfahren sind jedoch nicht geeignet, um Reaktionen mit empfindlichen Substanzen unter sauerstoff- und wasserfreien Bedingungen durchzuführen, da keinerlei Schutz gegen Umgebungseinflüsse und keine Möglichkeit zur Temperierung der Reaktionsgefäße für tiefe Temperaturen vorgesehen sind. Außerdem eignen sie sich nur für sehr kleine Reaktionsvolumina.

Lediglich das Prinzip der Anordnung von Reaktionsgefäß in Matrixform sei hier von Interesse.

Für bestimmte chemisch-analytische Reaktionen, z. B. in der Wasseranalytik, sind Reaktionskits auf dem Markt erhältlich. Diese Verfahren beruhen auf der Anwendung von verschlossenen Röhrchen als Reaktionsgefäß. Zur bereits vordosierte Reaktionslösung in den Röhrchen werden nacheinander die erforderlichen Reagenzien gegeben. Dieses geschieht durch Einpipettieren von Lösungen oder durch Eingeben von festen Substanzen, z. B. durch Einwerfen einer Kapsel oder einer Kugel, die die Substanz enthält, oder durch Aufschrauben eines Deckels, der die Substanz enthält und aus dem sie sich herauslösen kann.

Die Untauglichkeit dieser Laborgeräte für die Durchführung chemischer Reaktionen mit empfindlichen Reagenzien beruht darauf, daß zum Dosieren in die Röhrchen stets der Deckel abgeschraubt werden muß, wobei äußere Einflüsse auf das Reaktionsgut einwirken.

Außerdem werden die einzelnen Röhrchen sequentiell behandelt. Somit ist es nicht möglich, mehrere Reaktionen zum selben Zeitpunkt zu starten und abzubrechen.

Um eine gleichzeitige Durchführung von Reaktionen in Röhrchen zu gewährleisten, liegt es nahe, sie matrixartig zusammenzufassen und dann gleichzeitig mit den Reagenzien zu befüllen. Zur matrixartigen Anordnung von Reaktionsröhren dienen im Grunde genommen eine Vielzahl von Ausführungsformen der bekannten Reagenzglasräder und -gestelle. Diese genügen jedoch nicht den genannten Anforderungen, da sie nur zum Aufbewahren von Reagenzgläsern oder -röhren geeignet sind.

Lediglich das Prinzip der Durchführung von Reaktionen in Röhrchen sei hier von Interesse.

Entscheidend für das Gelingen einer Reaktion, bei der empfindliche Substanzen verwendet werden, ist die Vermeidung von Störungen wie z. B. die Zersetzung der Reaktanden beim Befüllen der Röhrchen.

Das Einbringen von Substanzen in Röhrchen unter Ausschluß von Umgebungseinflüssen geschieht bei herkömmlicher Arbeitsweise mittels Spritzen mit Kanülen (Hohlnadeln) durch durchstechbare Gummiverschlüsse (Septen) hindurch. Bekannte Ausführungen von Apparaten zum Überführen von Flüssigkeiten in Röhrchen, die auf dem Prinzip der Übertragung mittels Hohlnadeln basieren, sind z. B. in den Patentschriften EP 0 509 281 A2 und DE 38 17 101 A1 niedergelegt.

Diese Lösung ist für den hier interessierenden Einsatzbereich im chemischen Laboratorium nicht geeignet. Der Grund liegt darin, daß auch bei sorgfältigstem Arbeiten sich empfindliche Substanzen in der Kanüle zersetzen können. Sind die Zersetzungprodukte Feststoffe, so können diese die enge Kanüle verstopfen. Ebenso können auch die zu übertragenden Flüssigkeiten Feststoffe enthalten, so daß derartige Reagenzien nicht problemlos durch Kanülen übertragbar sind.

Weiterhin ist der Kraftaufwand, um ein solches Septum zu durchstechen, so groß, daß manuell jeweils nur ein Röhrchen, nicht aber mehrere gleichzeitig gefüllt werden können. Maschinelle Versionen zum gleichzeitigen Durchstechen mehrere Septen mit Kanülen und zum Befüllen mehrerer Röhrchen sind ungeeignet weil sie störanfällige, teure und unhandliche Laborapparaturen voraussetzen würden.

Es ist daher Aufgabe der Erfindung, die oben geschilderten Nachteile des Standes- der Technik zu vermeiden und eine völlig neue Arbeitsweise für die manuelle Durchführung von Reaktionen mit empfindlichen Reagenzien bei tiefen Temperaturen einzuführen.

Für die chemischen Syntheselaboreien soll ein leicht zu handhabendes Laborgerät zur Verfügung gestellt werden, das es ermöglicht, mehrere kleinvolumige Reaktionen in der flüssigen Phase mit empfindlichen Reagenzien gleichzeitig durchzuführen. Dieses soll unter sauerstoff- und wasserfreien Bedingungen und mit Temperierung unterhalb der Siedepunkte der Reaktionskomponenten und der Lösungsmittel möglich sein.

Ein großer Teil der Vorbereitung der Reaktionen soll von der eigentlichen Durchführung der Synthese zeitlich und räumlich getrennt werden können, wodurch diese Vorbereitungen rationalisiert und Störquellen ausgeschaltet werden.

Nach Abschluß der Synthese soll die Möglichkeit bestehen, eine schnelle Anbindung an automatische Analysensysteme zu gewährleisten.

Ein für diesen Zweck entwickeltes Laborgerät ist dadurch gekennzeichnet, daß in verschließbaren Hohlgefäßen eine Reaktionskomponente oder eine Lösung derselben vorgelegt wird, wobei die Hohlgefäße in Öffnungen einer unteren Platte angeordnet sind, und daß eine zweite, obere Platte eine ebensolche, der unteren Platte entsprechend spiegelbildlich ausgeführte Anordnung von Hohlgefäßen, die die zweite Reaktionskomponente oder eine Lösung derselben enthalten, trägt und diese obere Platte über der unteren Platte vertikal beweglich angeordnet wird, wobei sich die Öffnungen der Hohlgefäße beider Platten gegenüberstehen, und daß die Hohlgefäße der oberen und der unteren Platte jeweils Verschlüsse mit Öffnungen tragen, wobei sich zwischen Hohlgefäß und Verschluß eine Sollbruch-

scheibe befindet, die vorzugsweise aus Glas, Keramik oder Kunststoff besteht, welche auf mechanischen Druck von außerhalb des Hohlgefäßes hin zerbricht oder aufspringt,

- 5 und daß zwischen der oberen und der unteren Platte eine dritte, mittlere Platte mit einer der unteren Platte und der oberen Platte entsprechenden Anordnung von Öffnungen vertikal beweglich angeordnet wird, und daß in den Öffnungen dieser mittleren Platte Dorne aus einem harten Material, vorzugsweise aus Metall, Glas, Keramik oder Kunststoff oder Kombinationen aus diesen, in beiden Richtungen senkrecht zur Ebene der Platte befestigt sind, wobei der Querschnitt der Öffnungen und der Öffnungen der Verschlüsse durch die Dorne nur zu einem Teil ausgefüllt wird,
- 10 und daß die Dorne in den Öffnungen der mittleren Platte die notwendige Länge haben, um die Sollbruchsscheiben in den Verschlüssen der Hohlgefäß, welche in der unteren und oberen Platte angeordnet sind, zu öffnen,
- 15 wenn die obere und die untere Platte auf die mittlere Platte zu bewegt werden, wodurch die im oberen Hohlgefäß enthaltene Flüssigkeit durch die Öffnung der mittleren Platte in das entsprechende, gleichzeitig geöffnete Hohlgefäß der unteren Platte ablaufen kann, so daß nach dem Öffnen der Sollbruchsscheiben durch jedes Gefäßpaar ein einheitlicher, nach außen abgeschlossener Reaktionsraum gebildet wird,
- 20 und daß auf beiden Seiten der mittleren Platte um die Öffnungen herum ein dichtendes und vertikal elastisch zusammenpreßbares Kunststoffmaterial angebracht ist, welches im zusammengepreßten Zustand die Dorne so weit freigibt, daß diese die Sollbruchsscheiben öffnen können, wobei das durch die aufgesetzten Hohlgefäß zusammengepreßte Kunststoffmaterial gleichzeitig den neu entstandenen Reaktionsraum nach außen hin abdichtet,
- 25 und daß das vertikal elastisch zusammenpreßbare Kunststoffmaterial im nicht zusammengepreßten Zustand eine solche Stärke besitzt, daß es schon dichtend auf den Bereich der Verschlüsse wirkt, bevor die Sollbruchsscheiben vollständig aufgebrochen sind, wobei die Dorne erst durch den mechanischen Druck, der nötig ist, das elastische Kunststoffmaterial zusammenzupressen, freigegeben werden und somit eine unbeabsichtigte Öffnung der Sollbruchsscheiben verhindert wird,
- 30 und daß die obere Platte durch eine andere, baugleiche und ebenfalls mit entsprechenden, mit einem Reagenz oder einer Lösung des Reagenz gefüllten Hohlgefäßen mit Verschlüssen, die wiederum Sollbruchsscheiben enthalten, besetzte Platte ausgetauscht werden kann und beim Aufstecken dieser neuen, oberen Platte auf die mittlere Platte wiederum die Sollbruchsscheiben der Hohlgefäß der oberen Platte unter mechanischem Druck durch die Dorne geöffnet werden, wodurch das neue Reagenz in jedes einzelne untere Hohlgefäß zudosiert wird und somit die nächste Stufe der Reaktion eingeleitet wird, so daß auf diese Weise mehrstufige Reaktionen durch aufeinanderfolgendes Aufstecken der oberen Platte mit den Hohlgefäßen durchführbar sind,
- 35 und daß die zusammengefügten untere, obere und mittlere Platten gemeinsam so in einem Rahmen angeordnet werden, daß zwischen den Platten und dem Rahmen ein Raum entsteht, der über Zuleitungen, die sich im Rahmen befinden, mit Inertgas gespült werden kann, so daß stets und insbesondere bei der Abnahme der oberen Platte und dem Neueinstecken der neuen oberen Platte durch intensives Spülen des dabei nach oben geöffneten Raumes die Inertgasatmosphäre in den Hohlgefäßen

und in der Umgebung der Hohlgefäßöffnungen aufrecht erhalten wird,
und daß Temperiergefäße mit entsprechenden Zu- und Ableitungen für die Temperierflüssigkeit an der oberen oder unteren Platte oder an beiden Platten jeweils an der Seite, die den Öffnungen der Hohlgefäße abgewandt ist, dergestalt angebracht werden, daß der untere Teil der Hohlgefäße von Temperierflüssigkeit umströmt wird, wobei die Hohlgefäße in den Öffnungen der Platten dichtend eingesteckt sind, so daß die Temperierflüssigkeit nicht in den Raum zwischen den Platten und dem Rahmen eindringen kann.

Die Erfindung ermöglicht ein vollkommen neues Arbeitsverfahren in den Bereichen der chemischen Syntheseforschung und -entwicklung, in denen eine Vielzahl von Reaktionen in kleinen Volumina unter sauerstoff- und wasserfreien Bedingungen vergleichbar durchgeführt werden müssen, z. B. beim Methodenscreening chemischer Synthesen oder für die Reaktionsoptimierung solcher neu gefundenen Synthesewege.

Dieses neue Arbeitsverfahren bringt folgende Vorteile mit sich:

Es können eine größere Anzahl von Reaktionen zeitgleich und unter identischen Bedingungen durchgeführt werden.

Zur Durchführung der Synthese werden diese befüllten Röhrchen entsprechend der geplanten Reaktionsschritte matrixartig in der unteren Platte (Reaktionsmatrix) und in der notwendigen Zahl von oberen Platten (Reagenzienmatrizes) angeordnet. An diese Platten werden die Temperiergefäße gekoppelt. Diese Einheiten sind stabil, leicht handhabbar und gut temperierbar.

Im Vergleich zu verkleinerten präparativen Laborapparaturen ist die Handhabung des erfundungsgemäßen Laborgerätes wesentlich vereinfacht. Die Reaktionsssequenz wird durch das Aufstecken der verschiedenen oberen Platten auf die untere Platte fortgeführt. Durch intensives Spülen mit einem Inertgas, das schwerer als Luft ist, gelingt es, die Inertgasatmosphäre innerhalb des Rahmens und somit auch in den Röhrchen der unteren Platte während des Wechsels der oberen Platte aufrechtzuerhalten.

Weiterhin kann das Füllen der Reaktionsgefäße mit den hochempfindlichen Reagenzien, ein wichtiger und schwierig zu handhabender Teil der Vorbereitung der Reaktion, zeitlich und räumlich von der eigentlichen Reaktion getrennt werden. Denn gemäß der Erfindung sind die Hohlgefäße mit Verschluß (die Röhrchen) auch gleichzeitig für die Lagerung und zum Transport des Reaktionsgutes geeignet.

Somit können entsprechende Reagenziensätze in größerer Zahl unter gleichen Bedingungen vorbereitet und auch über längere Zeit gelagert werden. Diese vorbereiteten Reagenziensätze können dann zum Zeitpunkt der eigentlichen Durchführung der Synthesen "abgerufen" werden. Andererseits wird durch das Vorabfüllen der reaktiven Reagenzien in fertige und einsetzbare, geschlossene Röhrchen der Umgang mit hochempfindlichen und aggressiven Substanzen erheblich vereinfacht und wesentlich sicherer gemacht.

Nach Abschluß der Synthese kann eine schnelle Anbindung an automatische Analysentechniken erfolgen.

Durch die Nutzung von Hohlgefäßen, die den Schraub- und Crimpgläschchen, wie sie in der instrumentellen Analytik verwendet werden, entsprechen, ist eine problemlose Ankopplung an Analysengeräte, die automatisch betrieben werden (z. B. HPLC oder GC/MS) mittels eines Autosamplers möglich. So können in kur-

zer Zeit ein große Zahl analytischer Informationen über die durchgeführten Synthesen erhalten und daraus Schlußfolgerungen für die folgenden Syntheseplanungen gezogen werden.

Mit Hilfe der beschriebenen Erfindung können somit die Vorbereitung und die Durchführung als auch die Nachbearbeitung von Synthesen mit empfindlichen Substanzen optimiert und rationalisiert werden. Neben der Zeit- und Aufwandsparnis soll mit Hilfe der beschriebenen Erfindung besonders die Höhe des Fehlers und somit die Standardabweichung innerhalb der Experimente entscheidend gesenkt werden. Damit werden bestimmte Untersuchungen (z. B. statistische Absicherung von Syntheseabläufen) erst möglich.

Ein flexibles Anpassen der mittleren Platte an die Anzahl der gleichzeitig durchzuführenden Reaktionen gelingt dadurch, daß die mittlere Platte durchgehend als Folie ausgebildet wird, wodurch sie flexibel und manuell schneidbar gestaltet ist.

Eine ähnliche Flexibilität entsteht auch dadurch, daß die mittlere Platte durch einzelne Ringe für jedes Hohlgefäßpaar ersetzt wird, die jeweils die Dorne enthalten und das vertikal elastisch zusammenpreßbare Kunststoffmaterial tragen.

Um Umgebungseinflüsse zu verringern, ist es sinnvoll, daß der Raum, der zwischen der unteren Platte, der oberen Platte und dem Rahmen gebildet wird, so abgedichtet ist, daß dieser wechselweise mit Inertgas gespült und mit Unterdruck abgesaugt werden kann, so daß dadurch Feuchtigkeit und Sauerstoff in diesem Raum auf ein Minimum reduziert werden.

Das Durchstoßen der Sollbruchscheiben wird erleichtert, indem auf den Sollbruchscheiben die Bruchstellen durch Einkerbungen, Einätzungen oder andere Methoden schon vorgebildet sind. Die Sollbruchscheibe kann auch direkt Teil der Verschlußkappe sein, indem dort die Bruchstellen vorgebildet sind.

Die Dichtheit von Sollbruchscheiben aus nicht selbstdichtendem Material wird gewährleistet, indem die Verschlüsse einen oder mehrere Dichtungsringe zwischen Hohlgefäß, Sollbruchscheibe und/oder Verschluß enthalten.

Für das Befüllen mit besonders empfindlichen Substanzen ist es von Vorteil, daß in den Verschlüssen, die die Sollbruchscheiben enthalten, eine zweite Öffnung eingearbeitet ist, die durch ein Septum abgedichtet ist und durch die die Hohlgefäße bei geschlossenem Verschluß mittels Spritze befüllbar sind.

Eine vorteilhafte Überwachung verschiedener Reaktionsparameter gelingt dadurch, daß die Verschlüsse Träger zusätzlicher Sensoren wie Temperaturfühler oder Faseroptiken, die in die Reaktionsflüssigkeit hineinragen, sind.

Von Vorteil ist es, daß die mittlere Platte Träger zusätzlicher Funktionen wie Düsen und Zuleitungen für eine unmittelbare Inertgasspülung an den Öffnungen der unteren Hohlgefäße ist.

Für empfindliche Reagenzien und deren Lösungen, die vorgefertigt in das Laborgerät eingesetzt werden sollen, ist es vorteilhaft, wenn diese in Ampullen abgefüllt und gelagert werden. So ist es zweckmäßig, daß in die obere Platte anstelle der verschließbaren Hohlgefäß-Ampullen eingesetzt werden, deren Form so den Hohlgefäßen mit Verschluß nachgebildet ist, daß nach Zerstörung des Ampullenbodens als Sollbruchscheibe durch die Dorne der mittleren Platte ein problemloser Übertritt des Reagenzes in die unteren Hohlgefäße ermöglicht wird.

Eine alternative Ausbildung der mittleren Platte trägt in den Öffnungen anstelle der Dorne Hohlzylinder aus einem harten Material wie Glas, Keramik, Kunststoff oder Metall oder einer Kombination aus diesen. Deren Außendurchmesser entspricht etwa dem Innendurchmesser der Öffnungen der Verschlüsse der Hohlgefäße. Diese Hohlzylinder durchstoßen anstelle der Dorne die Sollbruchsscheiben der Verschlüsse.

In einer anderen Ausführungsform trägt die mittlere Platte Dorne oder Hohlzylinder nur in Richtung der oberen Platte. In die untere Platte werden dann bereits geöffnete Hohlgefäße eingesetzt. Dadurch besteht die Möglichkeit, die unteren Hohlgefäße über Schraubgewinde direkt an die mittlere Platte fest zu koppeln. Diese übernimmt dann mit Funktionen der unteren Platte wie die Befestigung der Hohlgefäße und die Abdichtung gegenüber der Temperierflüssigkeit. Vorteil dieser Ausführungsform ist der einfachere Aufbau des Laborgerätes aus zwei Platten und den Temperiergefäßen.

Anhand der beigefügten Zeichnungen (Fig. 1–8) sollen einige Ausführungen der Erfindung erläutert werden.

Es zeigt:

Fig. 1 die untere Platte (Reaktionsmatrix) mit den Hohlgefäßen (Röhrchen), Temperiergefäß und Rahmen im Seitenschnitt und in Aufsicht,

Fig. 2 einen als Schraubverschluß ausgebildeten Verschluß für Hohlgefäße im Seitenschnitt und in perspektivischer Darstellung, sowie zwei Weiterbildungen des Verschlusses in perspektivischer Darstellung

Fig. 3 eine Ausführungsform der mittleren Platte in Seitenschnitt und in Explosivdarstellung

Fig. 4 zwei Röhrchen mit Verschlüssen sowie einen Dorn mit zusammenpreßbarem Kunststoffmaterial als Ring ausgebildet in perspektivischer Darstellung

Fig. 5 die Gesamtansicht einer möglichen Ausführungsform des zu schützenden Laborgerätes kurz vor dem Zusammenführen der Behälter im Seitenschnitt

Fig. 6 eine Ausführungsform der mittleren Platte im Querschnitt in Aufsicht durch die mittlere Platte mit Düsen zur Inertgasspülung an den Öffnungen der Hohlgefäße und mit Zuleitungen für Inertgas

Fig. 7 eine Ausführungsform der mittleren Platte zum Verbinden zweier Reaktionsröhren zu einem Reaktionsraum und den entstehenden Reaktionsraum nach Verbindung zweier Röhrchen durch den zylindrischen Dorn in perspektivischer Ansicht

Fig. 8 einen Querschnitt durch eine Ausführungsform der mittleren Platte mit aufgesetzter oberer Platte und angeschraubten unteren Hohlgefäßen.

Als Hohlgefäße mit Verschlüssen werden Schraub- oder Crimpröhrchen 1, die aus der analytischen Probenvorbereitung bekannt sind, verwendet.

Ein Satz von Röhrchen 1, die mit der ersten Reaktionskomponente 24 gefüllt sind, wird in fester Anordnung auf einer unteren Platte 3 (Reaktionsmatrix) zusammengefaßt. Die Röhrchen 1 werden mit den Dichtungen 4 in den Öffnungen der unteren Platte 3 flüssigkeitsdicht eingesetzt.

An dieser unteren Platte 3 wird auf der Seite der geschlossenen Enden der Röhrchen 1 das Temperiergefäß 2 mit den Befestigungsklammern 10 befestigt. Die Wandung des Temperiergefäßes 2 ist doppelwandig ausgeführt, so daß durch Anlegen eines Vakuums oder durch eine isolierende Füllung im Zwischenraum 8 eine Wärmeisolierung des Temperiergefäßes 2 erreicht wird. Die Zu- und Abführung der Temperierflüssigkeit erfolgt über die entsprechenden Anschlußstutzen 7 zu und 7 ab.

Dadurch, daß die Verbindung zwischen unterer Platte 3 und Temperiergefäß 2 lösbar gestaltet ist, kann die Temperierung bei geschlossenem Anschluß 7 zu über ein einmaliges Befüllen der Temperierkammer 5 mit dem Temperiermedium (z.B. durch Einwerfen von Trockeneis in die Temperierkammer 5) erfolgen.

Auf der Seite der unteren Platte 3, auf der sich die Öffnungen der Röhrchen 1 befinden, wird der Rahmen 12 befestigt. Er enthält die Anschlußstutzen 9 für die Zuleitung des Inertgases. Der Rahmen 12 bildet zusammen mit der unteren Platte 3 den jetzt noch nach oben offenen Raum 6.

Durch diesen Aufbau kann einerseits die Temperierung der Röhrchen 1 erreicht werden, während andererseits im oberen Raum 6 die Öffnungen der Röhrchen 1 mit einem Inertgas umspült werden. Am Rahmen 12 sind Führungsschienen 13 angebracht, die für die Führung der vertikal beweglich angeordneten Teile, die weiter unten erläutert werden, sorgen (Fig. 1).

Die chemischen Reaktionen mit empfindlichen Reagenzien werden in den Röhrchen 1 durchgeführt. Das Zudosieren der jeweils nächsten Reaktionskomponente erfolgt ebenfalls mit solchen Röhrchen 1a.

Das Verschließen dieser Röhrchen 1 bzw. 1a erfolgt mit Verschlüssen 14, ähnlich den handelsüblichen Crimp- oder Schraubverschlüssen (Fig. 2). Statt jedoch die Öffnung des Verschlusses 14 mit einem Septum zu versehen, ist hier eine Sollbruchsscheibe 15 (aus Glas, Kunststoff oder einem anderen geeigneten Material) vorgesehen. Ein Durchstoßen dieser Sollbruchsscheibe 15 ermöglicht später die Übertragung des Inhalts 24a des oben angeordneten Röhrchens 1a auf das entsprechend darunter angeordnete Röhrchen 1 (Fig. 5).

Gleichzeitig müssen dazu die Sollbruchsscheiben 15 durchstoßen und die entstehenden Öffnungen nach außen abgedichtet werden. Diese beiden wichtigen Aufgaben erfüllt erfindungsgemäß eine mittlere Platte 18, die zwei vertikal elastisch zusammenpreßbare Kunststofffolien 20, vorzugsweise aus einem inerten, nicht saugfähigen Schaumstoff, auf beiden Seiten trägt (Fig. 3). In diese Platte 18 sind Öffnungen 22 eingearbeitet, die im Durchmesser etwa den Öffnungen der Verschlüsse 14 entsprechen. Die Anordnung der Öffnungen 22 entspricht der Röhrchenanordnung der unteren Platte 3. In den Öffnungen 22 sind Dorne 19 in beide Richtungen senkrecht zur Ebene der mittleren Platte 18 angeordnet.

Diese Dorne 19 sind in der mittleren Platte 18 fest verankert und in der Länge an die Stärke der Kunststofffolien 20 angepaßt. Sie sind so gestaltet, daß sie nur einen geringen Teil der Öffnungen 22 ausfüllen, so daß die Reagenzflüssigkeit 24a ungehindert an den Dornen 19 vorbei strömen kann. Die Kunststofffolien 20 erfüllen zwei Aufgaben: Zum einen dichten sie bei mit mäßiger Kraft aufgesetzten Röhrchen 1 und 1a die Öffnungen der Verschlüsse 14 nach außen hin ab. Bei der Einwirkung einer größeren vertikalen Kraft auf die aufgesetzten Röhrchen 1 bzw. 1a werden die Folien 20 zusammengepreßt und dabei die Dorne 19 freigegeben, die dann die Sollbruchsscheiben 15 öffnen.

Die mittlere Platte 18 ist so dimensioniert, daß sie innerhalb des Rahmens 12 vertikal frei beweglich aber horizontal fixiert ist.

In den mit den Verschlüssen 14 verschlossenen Röhrchen 1 und 1a werden die separat vorbereiteten Reaktionslösungen 24 und die Reagenzlösungen 24a (mit erwünschter Konzentration, Menge und Temperatur) gelagert. Zum Zudosieren der Reagenzlösungen 24a zu den Reaktionslösungen 24 werden die entsprechenden

Röhrchen 1a und 1 paarweise mit den Verschlüssen 14 zueinanderstehend angeordnet und die Sollbruchscheiben 15 mit Hilfe der mittleren Platte 18, die in Fig. 4 in einer besonderen Form 33 dargestellt ist, geöffnet. Während des Aufeinanderzubewegens des oberen Röhrchens 1a und des unteren Röhrchens 1 werden die Kunststofffolien 20 zusammengepreßt, und diese geben dabei die Dorne 19 frei. Die Dorne 19 öffnen die Sollbruchscheiben 15, wobei die Inhalte 24 und 24a der Röhrchen 1 und 1a vereinigt werden.

Die Röhrchen 1a mit den Reagenzlösungen 24a werden in der oberen Platte 3a (Reagenzienmatrix) angeordnet (Fig. 5). Das Muster der Anordnung entspricht spiegelbildlich dem der unteren Platte 3 (Reaktionsmatrix). Die Maße der oberen Platte 3a sind so gewählt, daß diese Platte 3a innerhalb des Rahmens 12 vertikal beweglich ist, horizontal dagegen aber nur ein geringer Spielraum besteht. Die Röhrchen 1a sind durch die Dichtungen 4a flüssigkeitsdicht in der oberen Platte 3a eingesteckt. An dieser oberen Platte 3a kann ebenfalls ein Temperierbehälter 2a befestigt werden. Der Behälter 2a ist so konstruiert (isolierende Wandgestaltung 8a, Zu- und Ableitungen 7zu und 7ab für Temperierflüssigkeit), daß die Reagenzlösungen 24a in den Röhrchen 1a auch bei tiefen Temperaturen temperiert werden können.

Zur Durchführung der Reaktionen werden nacheinander die mittlere Platte 18 und die obere Platte 3a mit Temperiergefäß 2a innerhalb des Rahmens 12 auf die untere Platte 3 mit Temperiergefäß 2 gesteckt, wobei der Raum 6 bereits intensiv mit Inertgas gespült wird. Diese zusammengesetzte Apparatur wird in den Fixierrahmen 26 eingesetzt, und der Inertgasstrom kann reduziert werden.

Für den Start der Reaktionsstufe wird die obere Platte 3a mit Hilfe der Spindel 27 und der Andruckplatte 28 so auf die untere Platte gepreßt, daß die Sollbruchscheiben 15 von den Dornen 19 gleichzeitig durchstoßen werden. In dieser Position werden die Platten 3, 3a und 18 solange fixiert, wie die Reaktionsstufe abläuft (Fig. 5).

Während der Reaktionszeit kann das Gerät in eine Schüttel- oder Vibriermaschine eingespannt werden, oder es wird ein handelsübliches Mehrfachrührsystem für Magnetrührer eingesetzt. Nach Beendigung dieser ersten Reaktionsstufe wird der Inertgasstrom wieder verstärkt und die Apparatur aus der Fixierzvorrichtung 26 genommen. Die obere Platte 3a wird entfernt, und eine neue obere Platte 3a (zweite Reagenzienmatrix) wird in den Rahmen 12 eingeschoben und die Öffnung der Sollbruchscheiben 15 wiederholt, wodurch die zweite Stufe der Reaktion eingeleitet wird. So werden stufenweise die für die Synthese notwendigen Reagenzien 24a dosiert (Fig. 5).

Eine Weiterbildung der mittleren Platte 18 sieht vor, daß sie nicht starr konstruiert ist, sondern daß sie als Folie ausgebildet ist. Dadurch ist die ganze mittlere Platte 18 flexibel und manuell mit einer Schere schneidbar. Hintergrund dieser Weiterbildung ist die Tatsache, daß die mittlere Platte 18 bei Durchführung der Reaktionen aggressiven Chemikalien ausgesetzt ist. Dies führt zum Verschleiß, wodurch insbesondere die Abdichtfunktion nicht mehr gewährleistet ist. Somit muß die mittlere Platte 18 häufiger ersetzt werden.

Da aber das Laborgerät in mehreren Ausführungsgrößen hergestellt wird (z. B. mit Platz für 9, 12, oder 24 Reaktionsröhren) müßte für jede Größe die entsprechende mittlere Platte 18 produziert werden. Dieser Aufwand läßt sich minimieren, indem die mittlere Platte

18 als Folie ausgeführt und nur eine Ausführungsgröße dieser mittleren Platte hergestellt wird. Der Anwender kann seine mittlere Platte 18 mit der benötigte Größe aus dieser Folie herausschneiden.

5 Aus gleichem Grund ist eine besondere Ausbildung der mittleren Platte 18 als Ring 33, der zwischen jedem Röhrchenpaar 1 und 1a einzeln positioniert wird, vorgesehen. Somit kann die Anzahl der Vorrichtungen zum Durchstoßen der Sollbruchscheiben 15 und zum Abdichten des entstehenden Reaktionsraumes der Anzahl der verwendeten Röhrchen 1 und 1a angepaßt werden (Fig. 4).

Zur Verwendung von besonders empfindlichen Reagenzien ist die Weiterbildung 4 vorgesehen. Dadurch, daß der durch untere und obere Platte 3, 3a sowie Rahmen 12 gebildete Raum 6 besonders abgedichtet wird, ist es möglich, durch einen Saugstutzen im Rahmen 12 Vakuum anzulegen und so die Luft vor Einblasen des Inertgases zu entfernen. Durch wechselweises Absaugen und Spülen mit Inertgas lassen sich Luftsauerstoff und Feuchtigkeit in diesem Bereich auf ein Minimum reduzieren.

Unteransprüche 5—8 behandeln verschiedene Weiterbildungen des Verschlusses 14.

In dem Material, aus dem die Sollbruchscheiben 15 bestehen, sind die späteren Bruchlinien schon eingearbeitet. Dieses kann durch kreuzweises, kreisförmiges oder sternförmiges Anritzen des Materials oder durch das EInpressen von Schwächungslinien erfolgen. Dadurch wird der Kraftaufwand zum Durchstoßen der Sollbruchscheibe 15 verringert. Auch kann diese Sollbruchscheibe anstelle der Öffnung bereits direkt in die Verschlußkappe 14 integriert und die Bruchstellen dort vorgebildet sein.

35 Ist das Material der Sollbruchscheiben 15 nicht selbstdichtend, so wird die Dichtheit des Verschlusses 14 durch Einlegen der Dichtringe 16 gewährleistet.

Ein Problem besteht im Befüllen der Röhrchen 1 bzw.

1a im Zuge der Reaktionsvorbereitung. Weniger empfindliche Substanzen können direkt in die offenen Röhrchen 1, 1a hineingegeben werden, wenn diese sich im unteren Teil des Laborgerätes (untere Platte 3 mit aufgesetztem Rahmen 12) befinden und durch Zustrom von Inertgas, das vorzugsweise schwerer als Luft ist, der Raum 6 vor Umgebungseinflüssen geschützt ist. Für besonders empfindliche Substanzen empfiehlt sich jedoch das Befüllen von bereits verschlossenen Röhrchen 1 bzw. 1a. In der in Fig. 2 gezeigten Ausführungsform enthält der Verschluß 14a neben der Öffnung für die Sollbruchscheibe 15 eine zweite Öffnung 17, in der sich ein Septum befindet. Durch dieses hindurch kann mit einer Spritze das Reagenz 24 bzw. 24a gegeben werden.

Für bestimmte Zwecke kann es wichtig sein, während der Reaktion über Sensoren verschiedene Parameter dieser Reaktion zu verfolgen, z. B. die Temperatur. Dafür eignet sich die Ausführungsform des Verschlusses 14b. In diesem Verschluß sind ein Sensor 11 (z. B. ein Temperaturfühler) so angebracht, daß dieser nach Aufschrauben des Verschlusses 14b auf das Röhrchen 1 in die Reaktionslösung 24 eintaucht. Nach außen sind Anschlußleitungen geführt, welche die elektrischen Informationen an ein Registriergerät weitergeben (Fig. 2).

Werden Düsen 35 und Zuleitungen 36 für Inertgas auf der mittleren Platte 18 angebracht, so ist es möglich, jede einzelne Verbindungsstelle zwischen zwei Röhrchen 1 und 1a mit Inertgas zu spülen. Dieses verstärkt den Schutz der empfindlichen Reagenzien beim Wechsel der oberen Platte 3a (Fig. 6).

Anstelle der Röhrchen 1a können speziell angefertigte Ampullen mit den Reagenzienlösungen 24a in die obere Platte 3a eingesetzt werden. Diese besitzen eine den Verschlüssen 14 nachgebildete Fläche mit der vorgebildeten Sollbruchscheibe 15. Ähnlich wie bei der Nutzung der Röhrchen übernimmt die mittlere Platte 18 hier die Öffnung der Sollbruchscheibe 15 und die Abdichtung der entstehenden Öffnung nach außen.

Fig. 7 zeigt einen Ausschnitt einer besonderen Ausführungsform der mittleren Platte 18. Die Dorne 19 sind hier durch die Hohlzylinder 34 ersetzt. Die Hohlzylinder 34 können, wie in Fig. 7 gezeigt wird, eine Sollbruchscheibe 15 aus einem flexiblen und inerten Kunststoff, in welcher die potentiellen Bruchlinien schon vorgefertigt sind, durchstoßen. Dabei klappt die nun geöffnete Sollbruchscheibe 15a sternförmig in Richtung der Röhrchenwand aus. Dadurch befindet sie sich zwischen der inneren Röhrchenwand und zwischen der äußeren Zylinderwand, so daß sie zur Abdichtung des Reaktionsraums zur Umgebung beiträgt. Nach Verbindung zweier Röhrchen durch den Hohlzylinder 34 entsteht ein gemeinsamer Reaktionsraum.

Die Hohlzylinder 34 werden ebenfalls matrixartig auf der mittleren Platte 18 zusammengefaßt, so daß auch hier mehrere Reaktionen gleichzeitig mittels Durchstoßens der Bruchflächen 15 eingeleitet werden. Versuche ergaben, daß diese Weiterbildung der mittleren Platte 18 ebenfalls vorteilhaft zum Öffnen spröder Bruchflächen 15 (z. B. aus Glas) geeignet ist. Dabei wirkt der Hohlzylinder 34 selbst an der Innenwand des Gefäßhalses der Röhrchen 1, 1a als Dichtung, wenn er den entsprechenden Außendurchmesser aufweist.

Eine andere Ausführungsform der Erfindung kann realisiert werden, indem die mittlere Platte 18 Dorne 19a bzw. Hohlzylinder 34 nur in Richtung der oberen Platte 3a trägt, und in die untere Platte 3 bereits geöffnete Hohlgefäß 1 entsprechender Paßform eingesetzt werden, die eine Abdichtung an der mittleren Platte 18 erlauben.

Eine weitere Ausführungsform der mittleren Platte 18b besitzt ebenfalls nur in Richtung der oberen Platte die Dorne 19a und an der unteren Seite Schraubgewinde mit Dichtungen, in die die unteren Hohlgefäß 1 dicht eingeschraubt werden. Dadurch kann auf die untere Platte 3 verzichtet werden und das Temperiergefäß 2 und der Rahmen 12 werden direkt an die mittlere Platte 18b befestigt. Dies ermöglicht eine Abdichtung gegenüber der Temperierflüssigkeit des unteren Temperiergefäßes 2 sowie einen einfacheren Aufbau des Laborgerätes (Fig. 8).

Patentansprüche

1. Laborgerät zur gleichzeitigen, manuellen Durchführung mehrerer chemischer Reaktionen mit empfindlichen Reagenzien unter Temperierung bei Temperaturen unterhalb der Siedepunkte der beteiligten Komponenten und unter sauerstoff- und wasserfreien Bedingungen nach einem Stecksystem,

dadurch gekennzeichnet, daß in verschließbaren Hohlgefäßen (1) eine Reaktionskomponente oder eine Lösung derselben (24) vorgelegt wird, wobei die Hohlgefäß (1) in Öffnungen einer unteren Platte (3) eingesteckt sind,

und daß eine zweite, obere Platte (3a) eine ebensolche, der unteren Platte (3) entsprechend spiegelbildlich ausgeführte Anordnung von Hohlgefäßen

(1a), die die zweite Reaktionskomponente oder eine Lösung derselben (24a) enthalten, trägt und diese obere Platte (3a) über der unteren Platte (3) vertikal beweglich angeordnet wird, wobei sich die Öffnungen der Hohlgefäß (1) und (1a) gegenüberstehen,

und daß die Hohlgefäß (1, 1a) der oberen und der unteren Platte (3, 3a) jeweils Verschlüsse (14) mit Öffnungen tragen, wobei sich zwischen Hohlgefäß (1, 1a) und Verschluß (14) eine Sollbruchscheibe (15) befindet, die vorzugsweise aus Glas, Keramik oder Kunststoff besteht, welche auf mechanischen Druck von außerhalb des Hohlgefäßes (1, 1a) hin zerbricht oder aufspringt,

und daß zwischen der oberen und der unteren Platte (3, 3a) eine dritte, mittlere Platte (18) mit einer der unteren Platte (3) und der oberen Platte (3a) entsprechenden Anordnung von Öffnungen (22) vertikal beweglich angeordnet wird, und daß in den Öffnungen (22) dieser mittleren Platte (18) Dorne (19) aus einem harten Material, vorzugsweise aus Metall, Glas, Keramik oder Kunststoff oder Kombinationen aus diesen, in beiden Richtungen senkrecht zur Ebene der Platte (18) befestigt sind, wobei der Querschnitt der Öffnungen (22) und der Öffnungen der Verschlüsse (14) durch die Dorne (19) nur zu einem Teil ausgefüllt wird,

und daß die Dorne (19) in den Öffnungen (22) der mittleren Platte (18) die notwendige Länge haben, um die Sollbruchscheiben (15) in den Verschlüssen (14) der Hohlgefäß (1, 1a), welche in der unteren und oberen Platte (3, 3a) angeordnet sind, zu öffnen, wenn die obere und die untere Platte (3, 3a) auf die mittlere Platte (18) zu bewegt werden, wodurch die im oberen Hohlgefäß (1a) enthaltene Flüssigkeit (24a) durch die Öffnung (22) der mittleren Platte (18) in das entsprechende, gleichzeitig geöffnete Hohlgefäß (1) der unteren Platte (3) ablaufen kann, so daß nach dem Öffnen der Sollbruchscheiben (15) durch jedes Gefäßpaar (1, 1a) ein einheitlicher, nach außen abgeschlossener Reaktionsraum gebildet wird,

und daß auf beiden Seiten der mittleren Platte (18) um die Öffnungen (22) herum ein dichtendes und vertikal elastisch zusammenpreßbares Kunststoffmaterial (20) angebracht ist, welches im zusammengepreßten Zustand die Dorne (19) soweit freigibt, daß diese die Sollbruchscheiben (15) öffnen können, wobei das durch die aufgesetzten Hohlgefäß (1, 1a) zusammengepreßte Kunststoffmaterial (20) gleichzeitig den neu entstandenen Reaktionsraum nach außen hinabdichtet,

und daß das Kunststoffmaterial (20) im nicht zusammengepreßten Zustand eine solche Stärke besitzt, daß es schon dichtend auf den Bereich der Verschlüsse (14) wirkt, bevor die Sollbruchscheiben (15) vollständig aufgebrochen sind, wobei die Dorne (19) erst durch den mechanischen Druck, der nötig ist, das elastische Kunststoffmaterial (20) zusammenzupressen, freigegeben werden und somit eine unbeabsichtigte Öffnung der Sollbruchscheiben (15) verhindert wird,

und daß die obere Platte (3a) durch eine andere, baugleiche und ebenfalls mit entsprechenden, mit einem Reagenz oder Lösung des Reagenz (24a) gefüllten Hohlgefäß (1a) mit Verschlüssen (14), die unversehrte Sollbruchscheiben (15) enthalten, be-

setzte Platte (3a) ausgetauscht werden kann und beim Aufstecken dieser neuen, oberen Platte (3a) auf die mittlere Platte (18) wiederum die Sollbruchschreiben (15) der Hohlgefäße (1a) der oberen Platte (3a) unter mechanischem Druck durch die Dorne (19) geöffnet werden, wodurch das neue Reagenz (24a) in jedes einzelne untere Hohlgefäß (1) zudosiert und somit die nächste Stufe der Reaktion eingeleitet wird, so daß auf diese Weise mehrstufige Reaktionen durch aufeinanderfolgendes Aufstecken der oberen Platte (3a) mit den Hohlgefäßen (1a) durchführbar sind,

und daß die aufeinandergesteckten untere, mittlere und obere Platte (3, 18, 3a) gemeinsam so in einem Rahmen (12) angeordnet werden, daß zwischen den Platten (3, 18, 3a) und dem Rahmen (12) ein Raum (6) entsteht, der über Zuleitungen (9), die sich im Rahmen (12) befinden, mit Inertgas gespült werden kann, so daß stets und insbesondere bei der Abnahme der oberen Platte (3a) und dem Neueinstecken der neuen oberen Platte (3a) durch intensives Spülen des dabei nach oben geöffneten Raumes (6) die Inertgasatmosphäre in den Hohlgefäßen (1) und in der Umgebung der Hohlgefäßöffnungen aufrecht erhalten wird,

und daß Temperiergefäße (2, 2a) mit entsprechenden Zu- und Ableitungen für die Temperierflüssigkeit (7zu, 7ab) an der oberen (3a) oder unteren Platte (3) oder an beiden Platten (3, 3a) jeweils an der Seite, die den Öffnungen der Hohlgefäße (1, 1a) abgewandt ist, dergestalt angebracht werden, daß der untere Teil der Hohlgefäße (1, 1a) von Temperierflüssigkeit umströmt wird, wobei die Hohlgefäße (1, 1a) in den Öffnungen der Platten (3, 3a) dichtend eingesteckt sind, so daß die Temperierflüssigkeit nicht in den Raum (6) zwischen den Platten (3, 3a, 18) und dem Rahmen (12) eindringen kann.

2. Laborgerät nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die mittlere Platte (18) selbst als Folie ausgebildet ist, wodurch sie flexibel und manuell schneidbar gestaltet ist.

3. Laborgerät nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die mittlere Platte (18) durch einzelne Ringe (33) für jedes Hohlgefäßpaar (1, 1a) ersetzt wird, die jeweils die Dorne (19) enthalten und das vertikal elastisch zusammenpreßbare Kunststoffmaterial (20) tragen.

4. Laborgerät nach einem der vorangegangenen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Raum (6), der zwischen der unteren Platte (3) und der oberen Platte (3a) bei eingesteckten Hohlgefäßen (1, 1a) gebildet wird, so abgedichtet ist, daß wechselseitig mit Inertgas gespült und mit Unterdruck abgesaugt werden kann, so daß dadurch Feuchtigkeit und Sauerstoff in dem Raum (6) auf ein Minimum reduziert werden.

5. Laborgerät nach einem der vorangegangenen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß an den Sollbruchschreiben (15) in den Verschlüssen (14) der Hohlgefäße (1, 1a) die Bruchstellen schon vorgebildet sind, oder daß in den Verschlüssen (14) die Sollbruchschreiben (15) durch Vorgabe der Bruchstellen direkt integriert sind.

6. Laborgerät nach einem der vorangegangenen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß ein oder mehrere Dichtungsringe (16) zwischen Sollbruchschibe (15), Hohlgefäß (1, 1a) und/oder Verschluß (14) gelegt werden.

7. Laborgerät nach einem der vorangegangenen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß in den Verschlüssen (14a), die die Sollbruchschreiben (15) enthalten, eine zweite Öffnung (17) eingearbeitet ist, die durch ein Septum abgedichtet wird und durch die die Hohlgefäße (1, 1a) bei geschlossenem Verschluß (14a) mittels Spritzen befüllbar sind.

8. Laborgerät nach einem der vorangegangenen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Verschlüsse (14b) der Hohlgefäße (1, 1a) Träger zusätzlicher Sensoren (11) (Temperaturfühler, Elektroden, Faseroptiken u. a.), die in die Reaktionsflüssigkeit (24, 24a) hineinragen, sind.

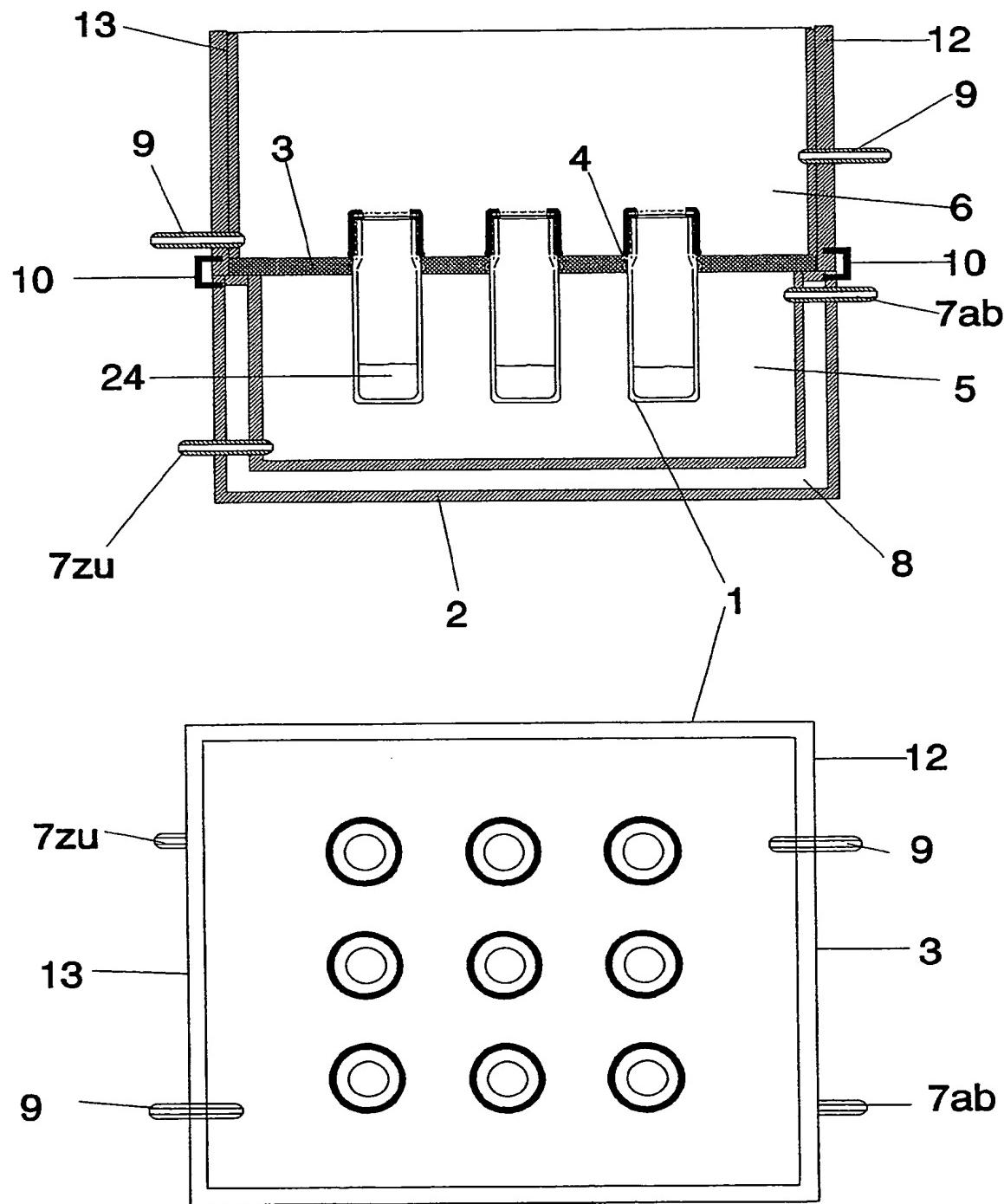
9. Laborgerät nach Ansprüchen 1, 2 und 4–8, dadurch gekennzeichnet, daß die mittlere Platte (18) Träger zusätzlicher Funktionen wie Düsen (35) und Zuleitungen (36) zur zusätzlichen Inertgasspülung ist.

10. Laborgerät nach einem der vorangegangenen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß anstelle der Hohlgefäße (1, 1a) mit Verschluß (14) und Sollbruchschibe (15) spezielle, mit Reagenzlösung (24, 24a) gefüllte Ampullen in die untere und/oder obere Platte (3, 3a) eingesetzt werden, deren Form so den Hohlgefäßen (1, 1a) und dem Verschluß (14) mit Sollbruchschibe (15) nachgebildet ist, daß nach der Öffnung der Ampullen durch die Dorne (19) der mittleren Platte (18) ein problemloser Übertritt der Reagenzlösungen (24a) in die unteren Hohlgefäße (1) erfolgt und die Abdichtung durch das vertikal elastisch zusammenpreßbare Kunststoffmaterial (20) ebenfalls erfolgt.

11. Laborgerät nach einem der vorangegangenen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß in den Öffnungen (22) der mittleren Platte (18) anstelle der Dorne (19) Hohlzylinder (34) aus einem harten Material wie Glas, Keramik, Kunststoff oder Metall oder einer Kombination aus diesen, angebracht sind, deren Außendurchmesser etwa dem Innendurchmesser der Öffnungen der Verschlüsse (14) bzw. der Ampullen nach Anspruch 10 entsprechen, und daß diese Hohlzylinder (34) anstelle der Dorne (19) die Sollbruchschreiben (15) der Verschlüsse (14) der Hohlgefäße (1, 1a) bzw. der Ampullen nach Anspruch 10 durchstoßen.

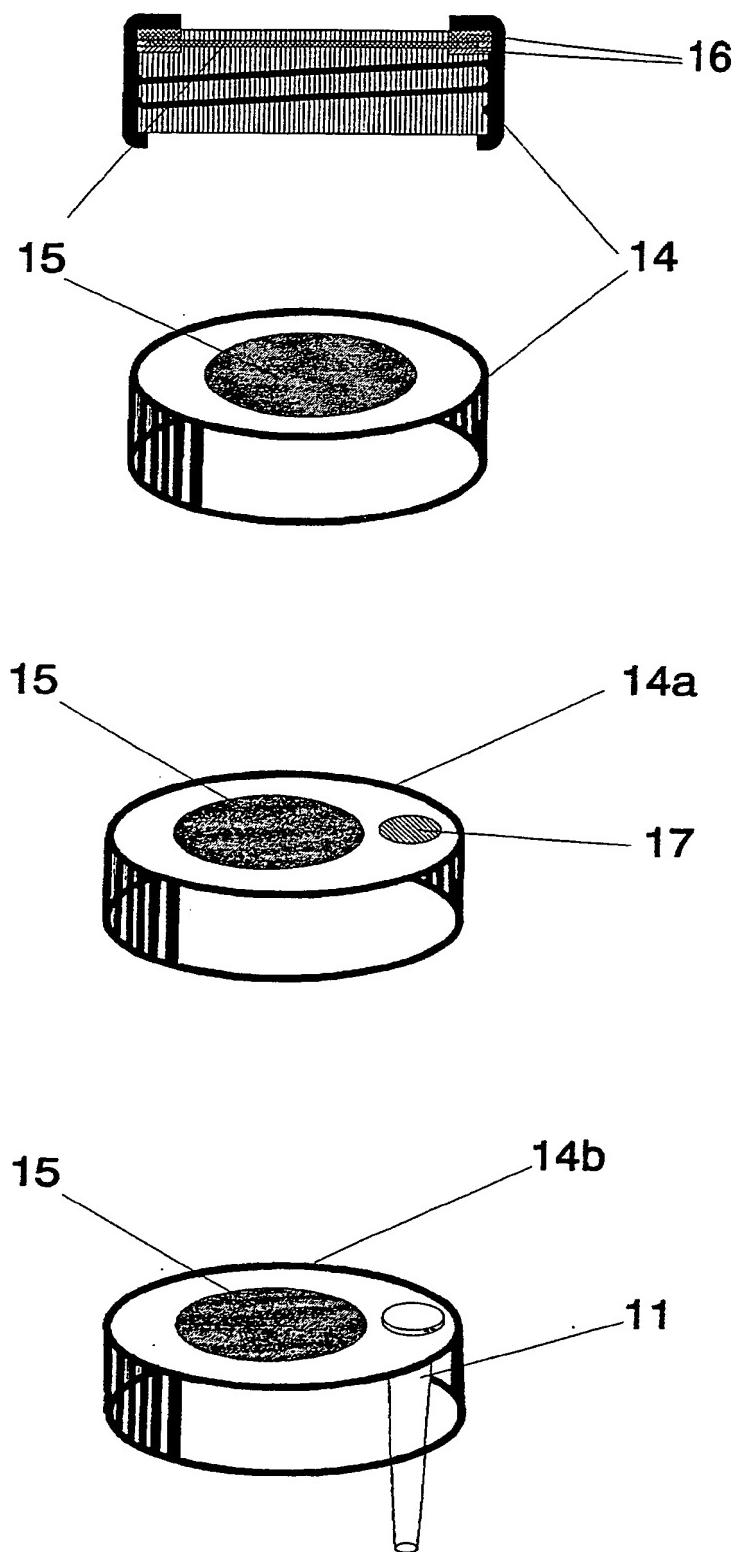
12. Laborgerät nach einem der vorangegangenen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die mittlere Platte (18) Dorne (19a) bzw. Hohlzylinder (34) nur in Richtung der oberen Platte (3a) trägt, und daß in die untere Platte (3) bereits geöffnete Hohlgefäße (1) entsprechender Paßform eingesetzt werden, so daß eine Abdichtung mit der mittleren Platte (18) erfolgen kann.

13. Laborgerät nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß die mittlere Platte (18a) Schraubgewinde für die unteren Hohlgefäße (1), die ebenfalls Schraubgewinde an der Öffnung haben, besitzt und diese Hohlgefäße (1) ohne Verschluß an die mittlere Platte (18a) gekoppelt werden, so daß die untere Platte (3) wegfällt und das untere Temperiergefäß (2) an der mittleren Platte (18a) befestigt wird und somit ein einfacherer Aufbau des Laborgerätes und eine Abdichtung gegenüber der Temperierflüssigkeit des unteren Temperiergefäßes (2) erreicht wird.



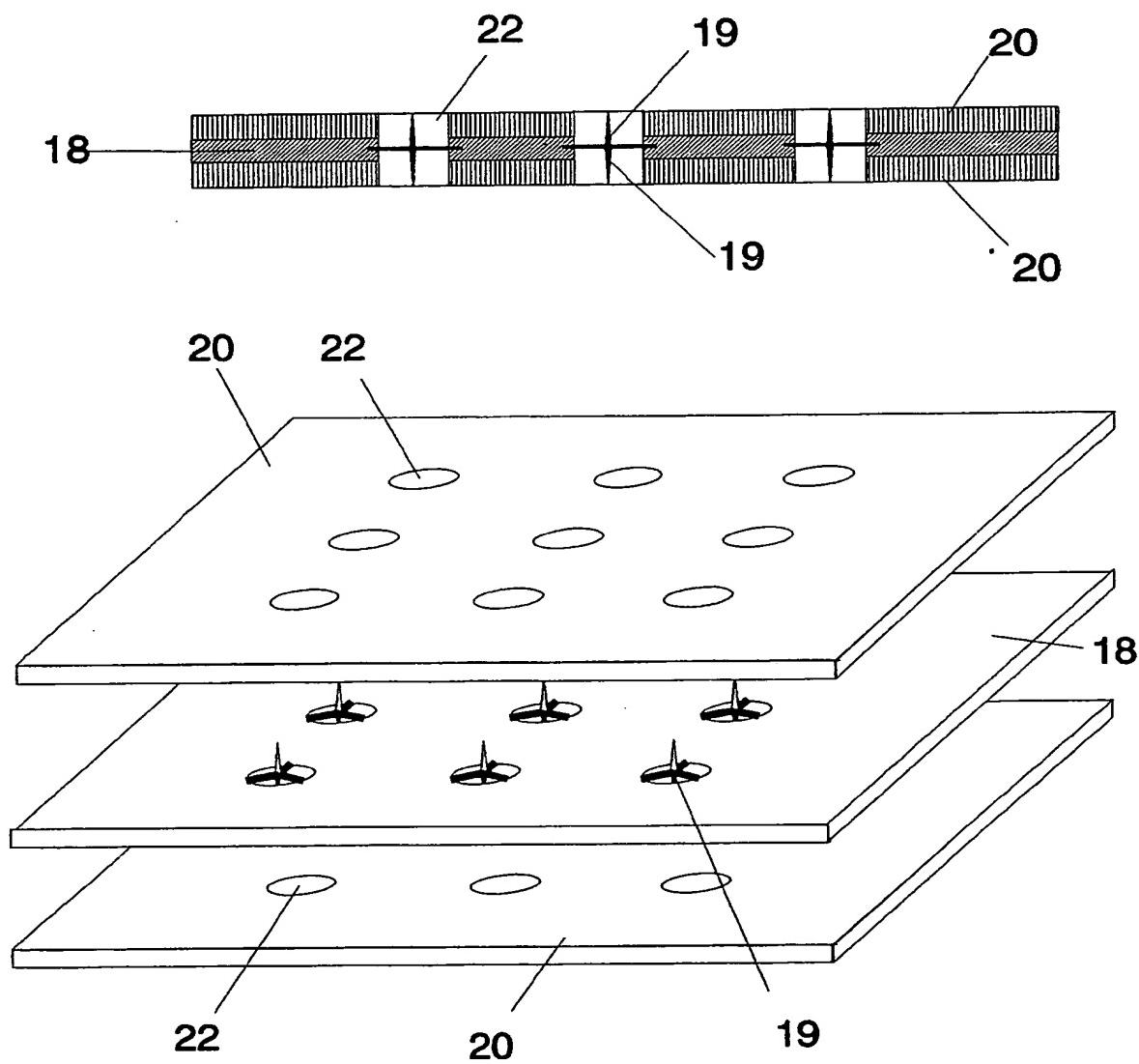
Figur 1 ✕

602 042/343

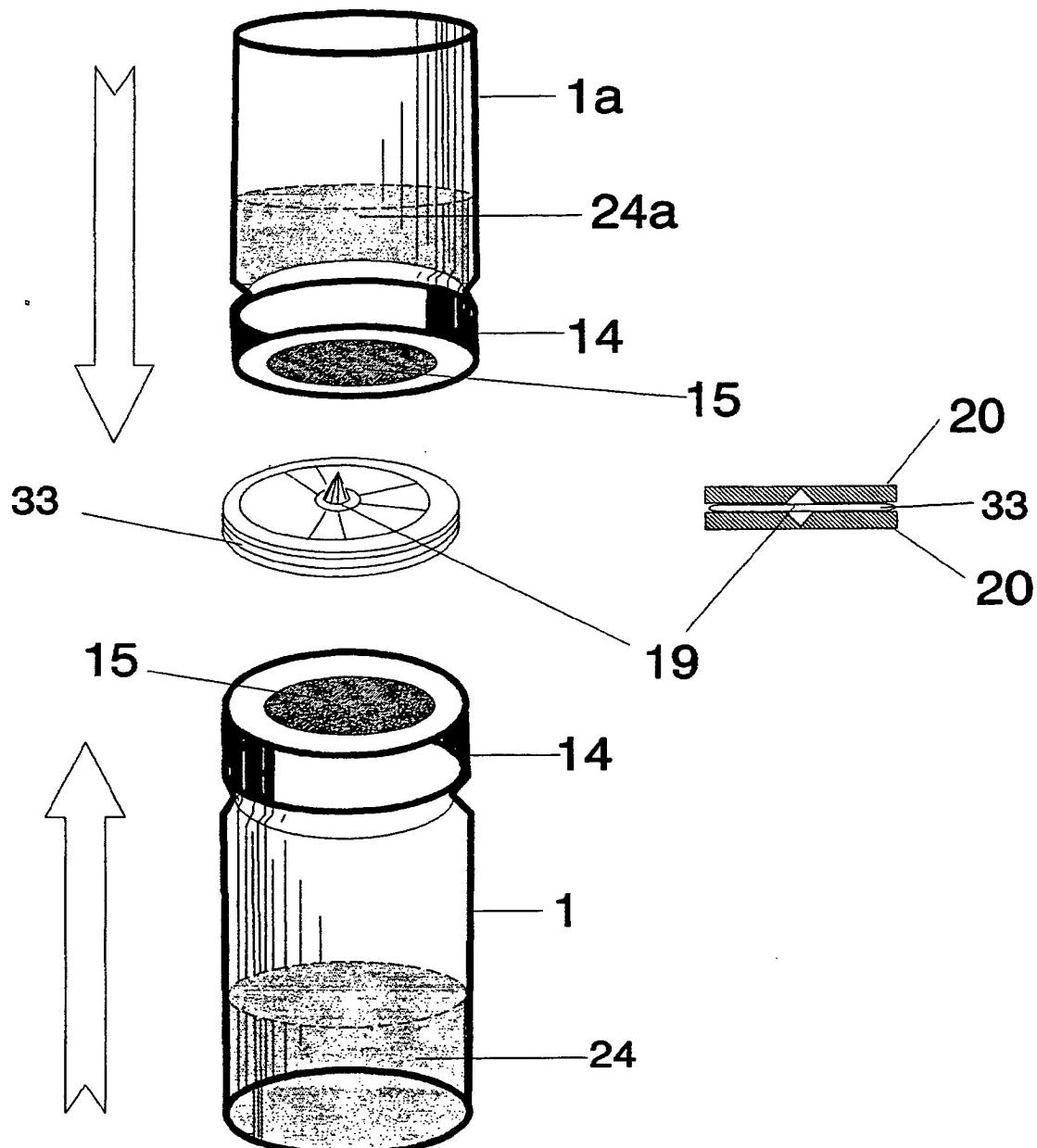


Figur 2

602 042/343

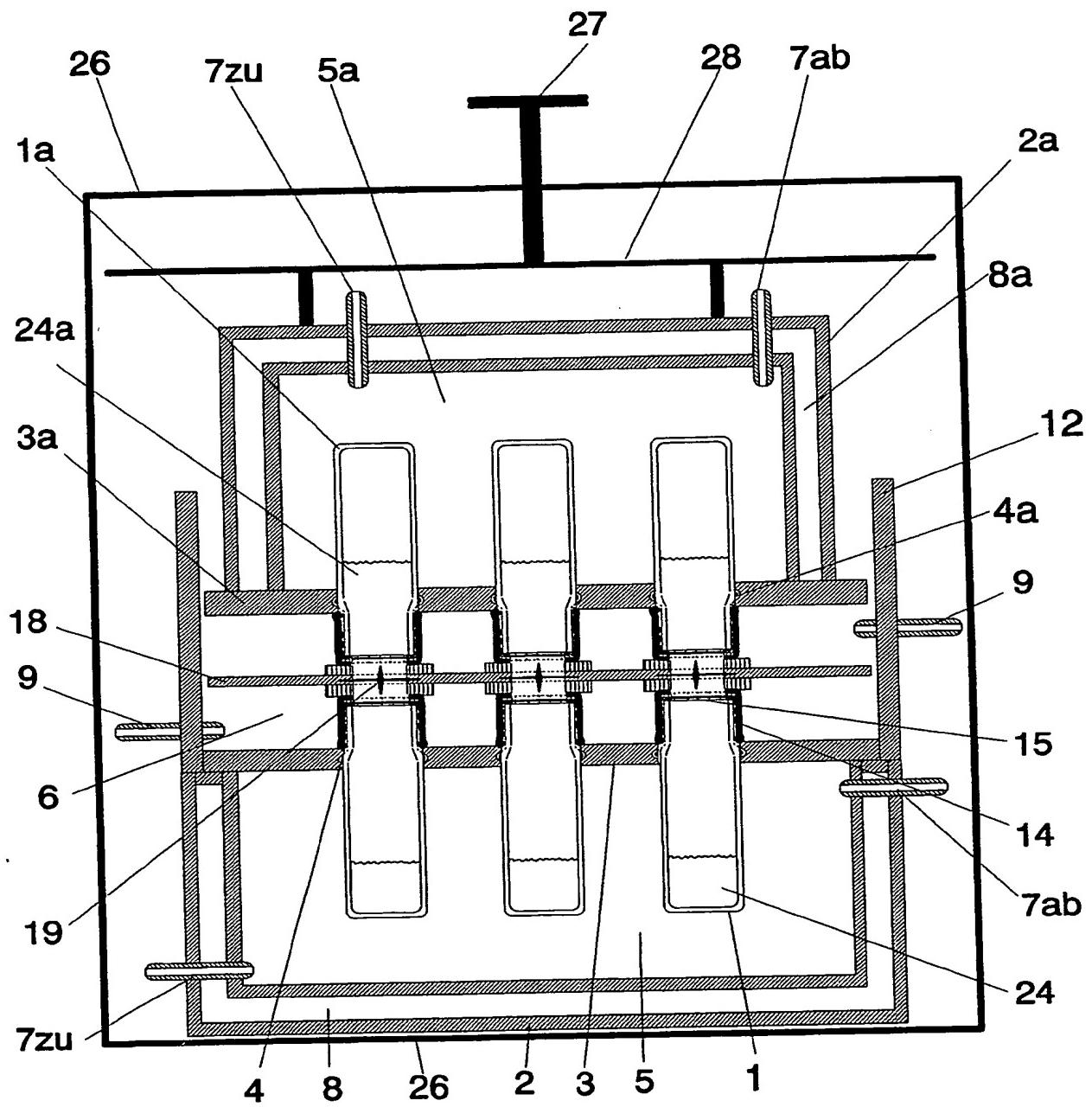


Figur 3

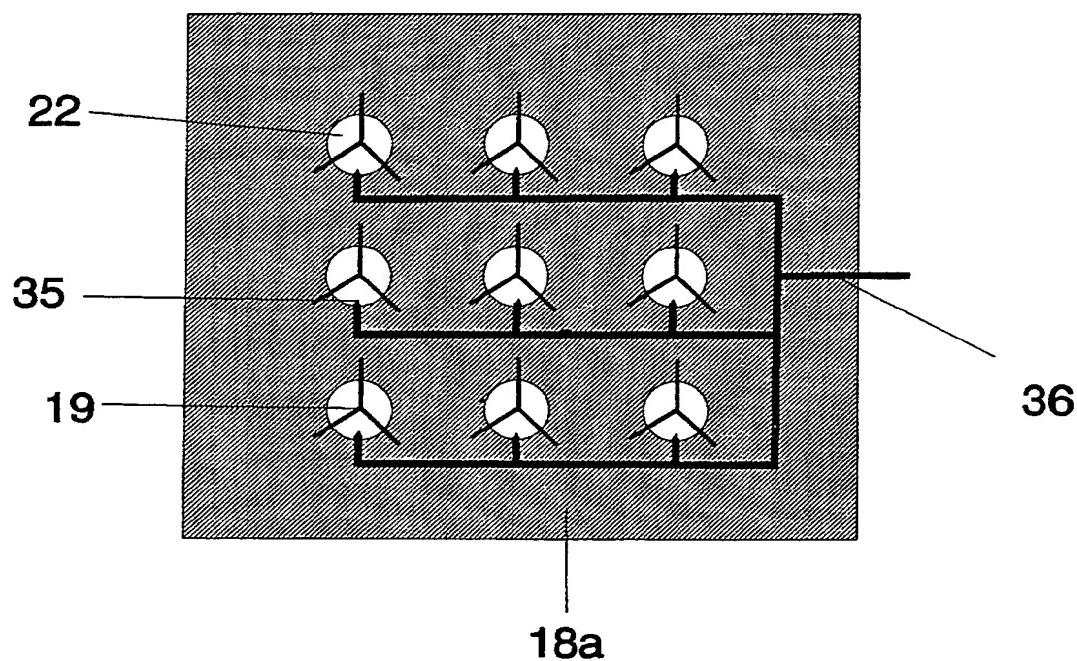


Figur 4

602 042/343

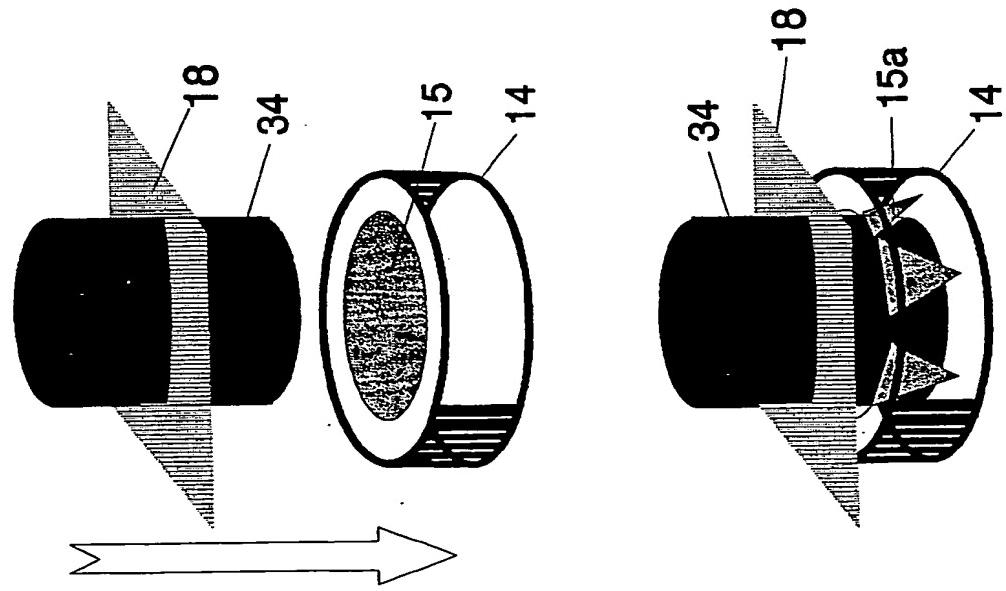
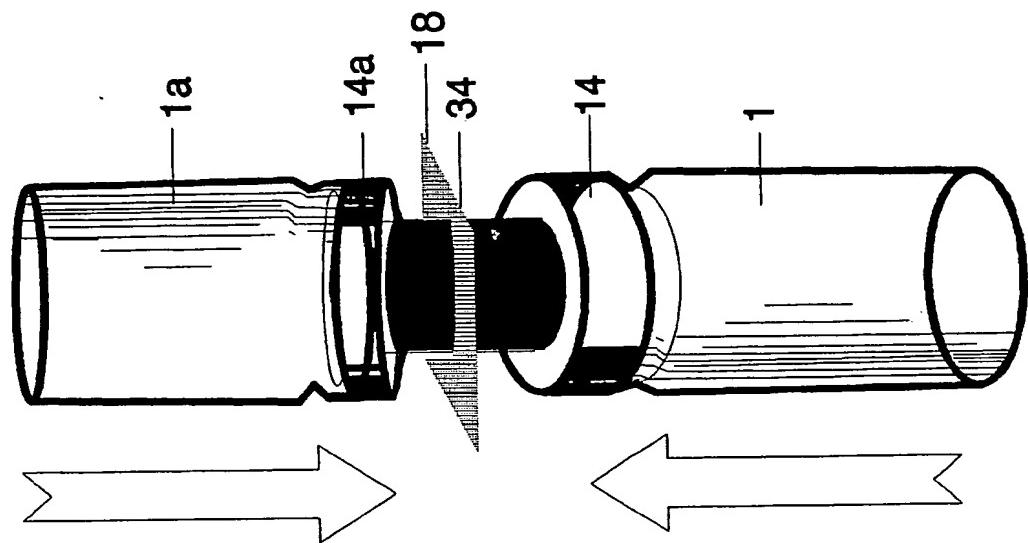


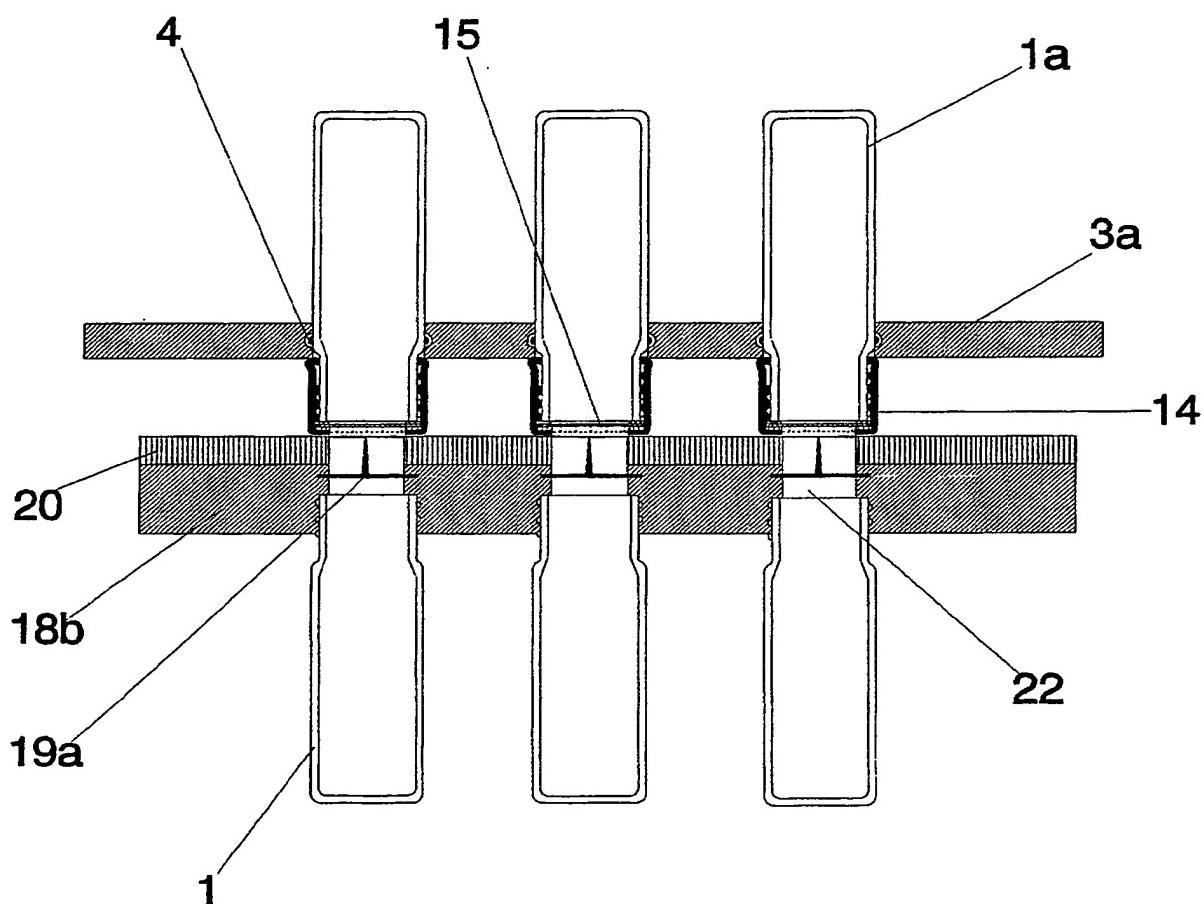
Figur 5



Figur 6

Figur 7





Figur 8